

微波混合加热制备高纯三氧化钼新工艺

郭荣辉¹, 杨晓青², 秦文峰³

(1. 成都纺织高等专科学校染化系, 四川 成都 610023;

2. 自贡硬质合金有限责任公司, 四川 自贡 643011;

3. 电子科技大学微电子与固体电子学院, 四川 成都 610054)

摘要 介绍了微波煅烧钼酸铵制取高纯三氧化钼的新工艺, 探讨了微波加热时间、微波功率和物料重量对钼酸铵分解率的影响, 并采用 XRD、SEM 对制得的粉末进行了表征。实验结果表明, 微波可以快速煅烧钼酸铵获得高纯三氧化钼, 在本实验范围内的最佳条件下, 钼酸铵的分解率为 99.72%, 且制得的粉末物相单一、均匀、分散性好。

关键词 微波; 煅烧; 钼酸铵; 三氧化钼

中图分类号: TQ028.6 文献标识码: A 文章编号: 1000-653X(2006)04-0013-04

1 前言

高纯三氧化钼主要用于钼深加工制粉的原料、催化剂及工艺炉料, 其性能对钼深加工的后续影响特别大^[1]。传统的三氧化钼生产工艺是将粉末状钼酸铵加入回转炉中进行煅烧^[2-4]。这种生产方法的缺点是三氧化钼的生产时间长、生产成本低、热效率低、能耗大, 尤其是粉料易泄漏, 车间工作环境差, 影响产品的回收; 同时其他杂质会进入产品, 影响产品质量, 产品纯度和粒度难以保证。因此, 探索新型的煅烧工艺生产高纯三氧化钼产品是非常必要的。

近年来迅速发展的微波技术已被广泛地应用于地质、生物、食品、环境等领域。微波加热能否成功, 取决于材料的介电损耗性质。有些材料在常温条件下, 介电损耗因数很小, 不能吸收多少微波能量, 因

而也就不能直接用微波加热。我们可以把这种材料与容易吸收微波的材料放在一起, 利用后者在微波场中所产生的热量来加热前者^[5]。本实验提出了微波混合加热技术, 针对介电损耗因数很小的材料钼酸铵进行微波煅烧制取高纯三氧化钼, 解决了常温下的加热问题, 旨在改革传统方法, 缩短生产时间, 降低能耗, 为高纯三氧化钼的制备寻求新途径。

2 实验

2.1 实验原料

实验采用的钼酸铵取自自贡硬质合金有限责任公司, 其 Mo 含量为 56%, 含水 0.5%, 微量杂质含量见表 1。

由于 SiC 在室温下是很好的微波吸收体, 而钼酸铵是弱吸波材料, 因此本实验采用 SiC 棒作为辅助加热材料焙解钼酸铵。

表 1 钼酸铵的杂质含量分析结果/ $\times 10^{-6}$

Fe	Si	Al	Mn	Mg	Ni	Ti	V	Co	Pb	Bi	Sn	Cd	Sb	Cu	Cr	Ca	W
4	<4	<3	<1	<3	<1	<5	<5	<3	<0.7	<0.7	<0.7	<0.7	<3	<2	3	<5	<200

注: 所有元素为光谱分析结果。

2.2 实验装置

QD-1 电子天平和改装过的多膜微波炉 (700W, 2450MHz) 且连续可调, 微波煅烧装置如图

1 所示。

2.3 试验方法

称得已恒重的坩埚的质量 M_1 , 在此坩埚中放入

收稿日期: 2005-04-04

作者简介: 郭荣辉 (1976-), 女, 硕士, 主要从事分析化学的教学和科研工作。

万方数据

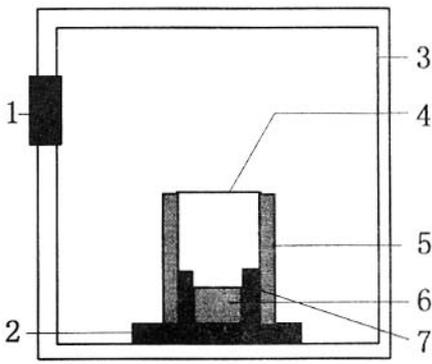


图 1 煅烧实验装置简图

1. 排气孔 2. 支撑转盘 3. 微波腔体 4. 坩埚 5. 保温材料 6. 钼酸铵 7. 碳化硅

所需质量的试样,摊平盖好,准确称量质量 M_2 ,将盛有试样的称量瓶放入微波炉中,设定微波功率,启动开关,用微波加热。加热停止后,打开炉门,取出后放入干燥器中冷却至室温,迅速称取坩埚和样品的质量 M_3 。以下式计算钼酸铵中分解率 W :

$$W = \frac{M_2 - M_3}{M_{th}} \times 100\%$$

式中 M_{th} 为理论分解质量。理论分解质量是将一定质量的钼酸铵在 650°C 条件下分解至恒重获得,本实验中 5g 钼酸铵,理论分解质量为 3.85g 。

3 结果与讨论

3.1 微波煅烧时间对分解率的影响

试验称取相同质量的钼酸铵,在微波输出功率不变的条件下,研究微波辐射时间对钼酸铵分解率的影响。图 2 是钼酸铵质量 5g 、微波功率 560W ,钼酸铵分解率随微波辐射时间的变化曲线。

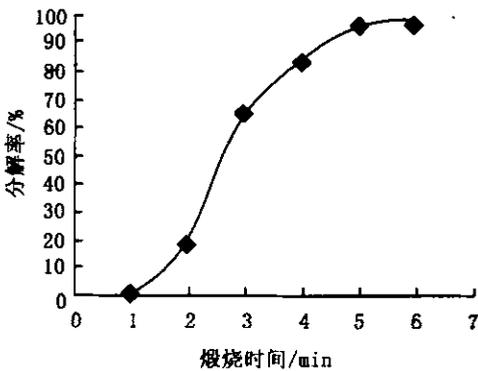


图 2 微波辐射时间对钼酸铵分解率的影响
万方数据

由图 2 可见,微波辐射时间在开始阶段对分解率的影响明显,随着微波辐射时间延长,分解率上升很快,在第 1min 内,钼酸铵没有分解,而当微波辐射 5min 后,分解率变化缓慢。这是因为在第 1min 内微波还没有将钼酸铵加热到分解温度,当温度达到分解温度后由于微波加热迅速,温度急剧升高,分解驱动不断加大,从而分解率变化很快,当微波辐射 5min 后基本完成了钼酸铵的分解,因此煅烧后期分解率基本不再变化。选取分解时间为 5min 。

3.2 微波功率对分解率的影响

试验称取相同质量的钼酸铵,在微波辐射时间不变的条件下,研究微波输出功率对钼酸铵分解率的影响。图 3 是钼酸铵质量 5g 、微波辐射时间 5min ,钼酸铵分解率随微波输出功率的变化曲线。

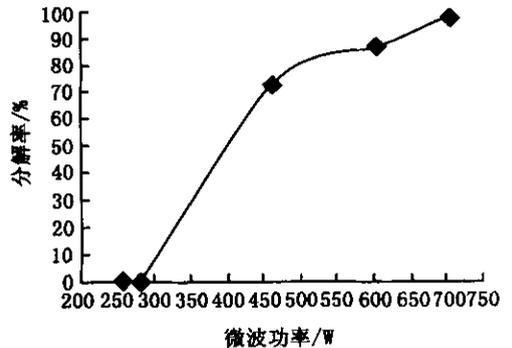


图 3 微波输出功率对钼酸铵分解率的影响

从图 3 中可以看出,在微波功率 260W 和 280W ,微波辐射时间 5min 情况下,钼酸铵没有发生分解,而在微波功率 460W 、微波辐射时间 5min 条件下,钼酸铵分解率达到 74.46% ,之后随着微波功率的增加,分解率随着增加。这是因为在 260W 和 280W ,微波辐射时间 5min 的条件下,钼酸铵还没有达到分解温度。试验选择微波功率为 700W 。

3.3 物料重量对分解率的影响

试验在微波辐射时间不变,微波输出功率不变的条件下,研究物料重量对钼酸铵分解率的影响。图 4 是微波辐射时间 5min ,微波功率 460W 条件下,钼酸铵分解率随物料重量的变化曲线。

从图 4 中可以看出,随着物料重量的增加,钼酸铵的分解率逐渐降低。这是因为随着物料重量的增加,在相同的坩埚中,物料的体积增加,在微波功率不变的条件下,在微波煅烧设备内,微波的场强没有发生变化,对钼酸铵提供的热量没有变化,因而分解

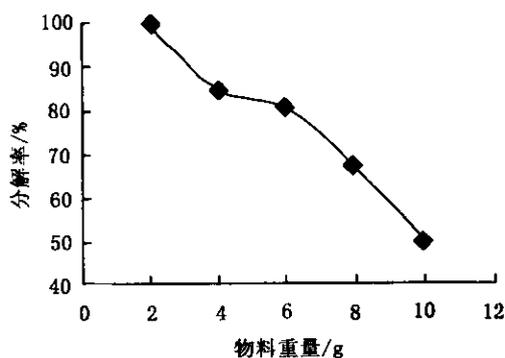


图4 物料重量对钼酸铵分解率的影响

率会随着物料重量的增加而逐渐降低。试验选取钼酸铵物料重量 6g。

3.4 综合试验与传统煅烧的对比

在加热时间为 5min、微波功率为 700W、物料重量为 6g 的最佳条件下进行了综合试验,结果表明,钼酸铵的分解率达到了 99.72%。

为了体现微波加热技术的优越性,将传统煅烧方法与之进行了对比试验。以相同重量的物料在马弗炉中 650℃ 条件下煅烧的结果如图 5 所示。

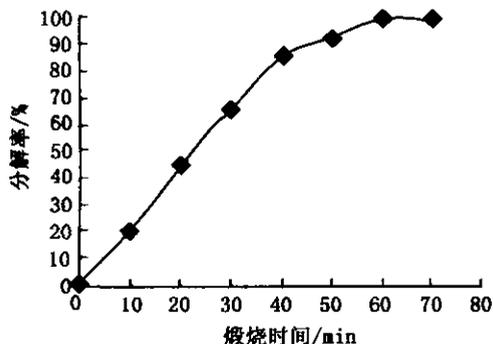


图5 马弗炉煅烧分解率与时间的关系

由图 2 和图 5 可以看出,要达到相同的分解效果,采用微波煅烧钼酸铵仅用 5min 时间,而传统方法约需 60min,微波煅烧的时间仅为传统方法的 1/12。

3.5 物相分析

采用 X 射线衍射仪 (DX1000 型) 分析了产品物相组成,其结果见图 6。由图 6 可知,该产物的峰位置和强度均与 JDPDS 卡上标准 MoO_3 的衍射峰数据完全一致,且峰值整齐,无杂峰出现,可知粉体为 MoO_3 。

3.6 扫描电镜分析

用 SEM (Hitachi S-450) 对粉末的表面形貌微

观结构进行分析,其结果见图 7。由图 7 中看到微波法制备的三氧化钼粉末粒度均匀,分散性好,这是由于微波加热是整体性加热,加热速度快,不会引起局部温度过高,导致晶粒的异常长大。

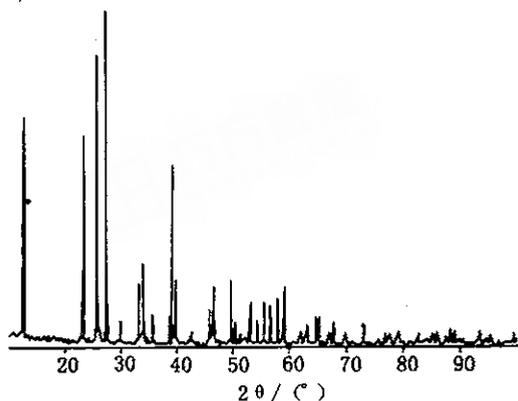


图6 试样粉体的 XRD 图谱

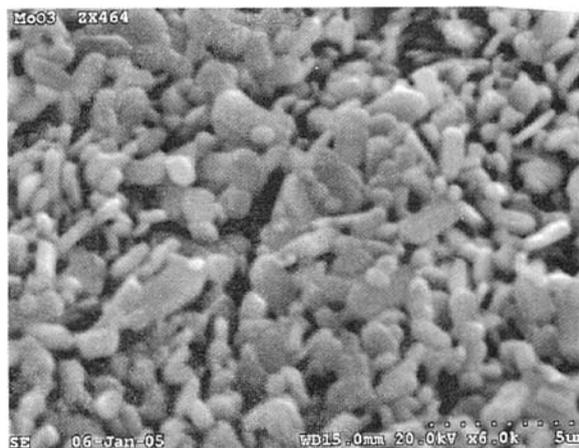


图7 试样粉体的扫描电镜图

4 结 论

1. 针对室温下介电损耗很小的材料钼酸铵,采用微波混合加热技术,可得到合格的高纯三氧化钼粉末产品。

2. 微波法制备的三氧化钼物相单一,颗粒均匀,分散性好。

3. 微波混合加热技术具有大幅度缩短烧结时间和节约电能的优点,其推广和应用必将带来较好的经济效益。

参考文献:

- [1] 王勇智. 浅谈高纯三氧化钼生产的粒度控制[J]. 中国钼业 2003 27(1) 36~38.

攀枝花选钛厂微矿生产线工艺流程优化研究

郑刚

(攀钢钛业分公司选钛厂, 四川 攀枝花 617063)

摘要 :分析了选钛厂微矿生产线的生产现状,并针对工艺中存在的问题,以及新设备在选钛厂的成功实践,提出了优化工艺流程的思路。实验室试验结果表明:将现场“一段强磁”改为“二段强磁”工艺流程后,可提高微矿生产线的作业收率,降低药剂消耗,增加选钛厂微细粒级钛精矿产量。

关键词 :二段强磁; slon 脉动高梯度磁选机; 药剂制度

中图分类号 :TD952 **文献标识码** :A **文章编号** :1000-6532(2006)04-0016-05

攀枝花选钛厂是我国目前最大的钛精矿生产基地,经过多年攻关,应用“slon 强磁—浮选”流程成功地对磁尾中-0.074mm 粒级(约占65%,二氧化钛金属量约70%左右)的钛铁矿进行了有效回收,选钛厂现已具有生产微细粒级钛精矿14万t/a的生产能力。在经过生产实际和大量生产考查分析,目前选钛厂的微矿生产线仍存在药剂消耗量大、部分

准备作业钛铁矿不合理流失等诸多问题,严重制约了选钛指标的进一步提高。

本文从原矿性质入手,依据“能抛早抛”的原则,针对选钛厂微矿生产线出现的诸多问题,在实验室采用“二段强磁—浮选”与现场“一段强磁—浮选”进行两种工艺流程的对比探讨,旨在降低浮选药剂用量和增加微细粒级钛精矿产量。

[2]李洪桂. 稀有金属冶金学[M]. 北京:冶金工业出版社, 1990.

[4]《稀有金属手册》编辑委员会. 稀有金属手册(下)[M]. 北京:冶金工业出版社, 1995.

[3]吴晓林. 热分解法制备高纯三氧化钼工艺研究[J]. 合肥工业大学学报(自然科学版), 1998, 21(6): 123~126.

[5]曲世鸣,张明. 微波混合加热技术及应用前景[J]. 物理, 1999, 28(2): 117~119.

A New Process of Preparing High-purity Molybdenum Trioxide by Microwave Hybrid Heating

Guo Rong-hui¹, YANG Xiao-qing², QIN Wen-feng³

(1. Chengdu Textile College, Chengdu, Sichuan, China;

2. Zigong Cemented Carbide CO., Ltd. Zigong, Sichuan, China;

3. University of Electronic Science and Technology, Chengdu, Sichuan, China)

Abstract :A new process of preparing high-purity molybdenum trioxide by means of microwave calcining ammonium molybdate was studied in this paper. Influence of the heating time, microwave power and material weight on the decomposing ratio of ammonium molybdate was investigated. The characteristics of MoO₃ powders was measured by XRD and SEM. Experimental results indicated that microwave may rapidly calcine ammonium molybdate to gain high-purity molybdenum trioxide, the decomposition rate of ammonium molybdate was 99.72%. The powders possess single phase, uniformity and excellent dispersivity.

Key words :Microwave; Calcining; Ammonium molybdate; Molybdenum Trioxide

收稿日期 2005-11-16

作者简介:郑刚(1977-)男,助理工程师,主要从事选矿工艺技术研究。

万方数据